

Influência do horário de colheita e de secagem no óleo essencial de *Hyptis pectinata* L. Poit (Lamiaceae).

M. F. Arrigoni-Blank¹; A. F. Blank¹; A. G. Costa¹; P. B. Alves²; A. S. Costa¹

¹Departamento de Engenharia Agrônômica, Universidade Federal de Sergipe, 49100-000, São Cristóvão-SE, Brasil

²Departamento de Química, Universidade Federal de Sergipe, 49100-000, São Cristóvão-SE, Brasil

(Recebido em 16 de maio de 2010; aceito em 26 de outubro de 2010)

O teor, rendimento e caracterização química do óleo essencial de *Hyptis pectinata* foram avaliados quanto a diferentes horários de colheita (8:00, 12:00 e 16:00 horas), utilizando-se folhas frescas e secas. A secagem ou não das folhas e os diferentes horários de colheita, não tiveram influência no teor e rendimento do óleo essencial, tornando-se viável a colheita em qualquer horário do dia, podendo-se utilizar folhas frescas ou secas. Os sesquiterpenóides são os constituintes predominantes (75,0-83,0%), sendo a calamusenona o componente majoritário para todas as amostras (31,0-48,0%), seguido de β -cariofileno (7,0-15,0%).

Palavras-chave: *Hyptis pectinata*, óleo essencial, calamusenona.

The essential oil content, yield and chemical characterization were evaluated in relationship with time of harvest (8:00, 12:00 and 16:00 h), using fresh and dried leaves. Drying or not of the leaves and the different times of harvest did not influence essential oil content and yield, and that make the harvest at any hour of the day feasible and both leaves can be used, fresh and dried. The sesquiterpenoids were predominant (75.0-83.0%), and calamusenone was the major constituent for all the samples (31.0-48.0%), followed by β -caryophyllene (7.0-15.0%).

Keywords: *Hyptis pectinata*, oil essential, calamusenone

1. INTRODUÇÃO

O gênero *Hyptis*, pertencente à família Lamiaceae, é composto por cerca de 300 espécies que ocorrem principalmente na América Tropical [1]. Características terapêuticas importantes são atribuídas ao gênero, pelo uso no tratamento gastrointestinal, como anti-séptico para pele, infecções dos olhos e como remédio no tratamento de reumatismo e dor muscular [2].

Como outras espécies do gênero, *H. pectinata* é reconhecida como planta medicinal de grande importância em várias partes do mundo, inclusive no Brasil. Na Tanzânia, as folhas são usadas contra tosse e como cataplasma em furúnculos, enquanto que no Oeste da Índia, as folhas são utilizadas na forma de chá, para dores estomacais [3].

Formulações de *H. pectinata* são usadas na medicina popular como remédio doméstico de múltipla finalidade [2]. No Nordeste do Brasil a planta é popularmente utilizada para diferentes enfermidades, tais como rinofaringites, desordens gástricas e anti-inflamatório [4]. Pesquisas comprovaram efeitos antinociceptivos [5] e antiedematogênico do extrato aquoso de folhas [4], além da atividade antimicrobiana do óleo essencial [6].

Estudos realizados com *Hyptis pectinata* na Costa do Marfim (África), mostraram o *p*-cimeno (33,7%) e timol (26,0%) como componentes principais [7], enquanto que em espécimes colhidos no Ceará, os componentes majoritários foram o *b*-pineno (8,16%), *p*-cimeno (17,5%), *b*-cariofileno (21,5%) e espatulenol (15,0%) [8]. E no acesso SAM0012 do Banco de Germoplasma da UFS foram a calamusenona (24,68%), β -cariofileno (18,34%), óxido de cariofileno (18%) e β -pineno (6,95%) [9].

Em folhas de *Acorus calamus* L. o óleo essencial varia no teor e nos constituintes químicos de acordo com as diferentes fases de desenvolvimento da planta [8]. A época de colheita das plantas medicinais deve ser determinada visando não só o volume de planta colhido, mas também um teor mínimo de princípios ativos, sem o qual o produto não tem valor para a produção de fitoterápicos. O ponto de colheita varia de acordo com o órgão da planta, estágio de desenvolvimento, época do ano e hora do dia [9].

Do ponto de vista ecológico, muitas espécies vegetais lançam mão da emissão de determinadas substâncias para atração de insetos, pássaros, mamíferos, nas épocas mais favoráveis. Frequentemente essa emissão está sincronizada com as horas de atividade do

polinizador [10]. Isto sugere que exista um horário ideal de colheita, no qual o teor de óleo essencial seja mais elevado, sem esquecer da qualidade do produto.

Visando contribuir para a obtenção desse tipo de informação, esse trabalho teve como objetivo avaliar o teor, rendimento e caracterização química do óleo essencial de *H. pectinata* obtido de folhas frescas e secas em diferentes horários de colheita.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

O trabalho foi conduzido na Fazenda Experimental Campus Rural da Universidade Federal de Sergipe, localizada no município de São Cristóvão-SE (10oC 55' S, 37oC 11' W), Brasil.

O plantio foi feito em linhas compostas por 12 plantas mantendo distância de 1,00 m entre linhas e 0,50m entre plantas utilizando 6 L.m⁻² de esterco bovino.

A colheita foi feita retirando as folhas das plantas aleatoriamente, nos horários estabelecidos de acordo com os tratamentos.

O delineamento experimental utilizado foi o inteiramente casualizado em esquema fatorial 3x2, sendo três horários de colheita (8:00, 12:00 e 16:00 horas) e extração do óleo em, folhas frescas e secas. Foram utilizadas três repetições, sendo cada repetição constituída de 4 plantas. As folhas foram colhidas e secas em estufa de secagem com circulação de ar a 40°C até peso constante antes da extração do óleo essencial.

Os óleos essenciais de folhas frescas e secas foram obtidos por hidrodestilação através de aparelho do tipo clewenger [11] por aproximadamente 3 horas. Os teores foram estimados com base no peso da massa seca (mL.100 g⁻¹) e obtidos utilizando-se três amostras de 200 g de folhas frescas ou 75 g de folhas secas [12].

O óleo essencial foi analisado utilizando-se cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massa-CG/EM (Shimadzu, Modelo QP5050A) dotada de coluna capilar DB-5 (30 m x 0,25 mm x 0,25 µm) nas seguintes condições: gás de arraste hélio (fluxo 1,2 mL.min⁻¹); tipo de injeção split a 250°C; detector a 280°C, programação da coluna 50°C durante 1,5 minuto, com aumento de 4°C por minuto até atingir 200°C, seguido de 10°C por minuto até 250°C, finalizando com 5 min de isoterma a 250°C. Os espectros de massas foram obtidos por impacto eletrônico a 70 eV; velocidade de varredura 1.000; intervalo de varredura de 0,50 fragmentos/s e fragmentos detectados na faixa de 40 a 350 Da. A identificação dos constituintes foi determinada com base na comparação do índice de retenção [13] relativo a uma série de n-alcanos homólogos obtido pela co-injeção de amostras do óleo com uma mistura de hidrocarbonetos, bem como com o banco de dados NIST21 e NIST107 da biblioteca do CG/EM e publicação de espectro de massas [14].

Os componentes do óleo foram identificados através da comparação de seu espectro de massas com espectros existentes na literatura, 20 com espectros do banco de dados (NIST21 e NIST107) do equipamento e, também, pela comparação dos índices de retenção com aqueles da literatura. Os índices de retenção de Kovats (IK) foram determinados utilizando uma série homóloga de n-alcanos (C8-C18) injetados nas mesmas condições cromatográficas das amostras, utilizando a Equação de van den Dool e Kratz [15].

Os resultados de teor e rendimento de óleo essencial foram submetidos à análise de variância pelo teste F e as médias comparadas pelo teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade (p≤0,05).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A composição química do óleo essencial, em função dos horários de colheitas e secagem ou não das folhas, é apresentada na Tabela 1. Assim como para teor do óleo essencial, não houve diferenças marcantes para os constituintes químicos entre os tratamentos, sendo os sesquiterpenóides os constituintes predominantes (75,0-83,0%). Para todos os horários de colheita avaliados e utilizando folhas frescas e secas, a calamusenona (7-isopropilideno-1,4-dimetil-2,3,4,5,7,8-hexaidro-1H-azulen -6-ona) foi o componente majoritário para todas as amostras (31,0-48,0%), seguido de β-cariofileno (7,0-15,0%).

A variação de alguns componentes majoritários, em relação ao horário de colheita, pode ter sido em virtude da velocidade do metabolismo da planta, da atividade secretora dos pelos

glandulares [16] e influencia das flutuações climáticas diárias. Estes fatores podem afetar a síntese e secreção de óleos essenciais [17].

Em relação a composição química encontrada na literatura e a apresentada no trabalho, nota-se algumas diferença entre elas, pois cada genótipo responde diferente as condições ambientais, ao processo de secagem, o qual elimina a água aumentando o percentual de princípios ativos em relação ao peso de planta.

Tabela 1. Composição química do óleo essencial de *H. pectinata* em função do beneficiamento e horários de colheita.

Picos	Composto ^a	IR ^b	IR ^c	%					
				Folhas frescas			Folhas secas		
				8:00	12:00	16:00	8:00	12:00	16:00
1	Triciclono	-	926	0,41	0,31	0,14	0,61	0,61	0,17
2	Sabineno	976	972	0,23	2,61	0,40	2,67	0,00	2,63
3	β -Pinenos	980	973	0,41	0,49	0,31	1,16	0,56	0,80
4	β -Mirceno	-	979	0,29	0,25	0,17	0,46	0,43	0,25
5	α -Cimeno	1022	987	1,65	1,15	1,21	1,30	1,26	0,48
6	β -Ocimeno	1040	1042	1,19	0,90	0,71	0,40	2,24	0,26
7	Linalol	1098	1097	0,54	0,91	0,50	1,27	0,17	0,69
8	Terpineol	-	1176	0,00	0,29	0,00	0,00	0,00	0,00
9	α -Cubebeno	1351	1349	0,24	0,26	0,50	0,48	0,36	0,27
10	α -Copaeno	1376	1376	0,85	1,09	1,66	1,44	1,60	1,06
11	β -Borboneno	1384	1385	0,00	0,00	0,29	0,31	0,23	0,28
12	β -Cubebeno	1387	1388	0,21	0,24	0,14	0,39	0,30	0,21
13	β -Elemeno	1391	1392	0,58	0,49	0,72	0,62	0,57	0,67
14	β -Cariofileno	1418	1420	7,35	9,00	15,47	12,90	8,89	7,98
15	α -Guaieno	1437	1438	0,00	0,00	0,00	0,24	0,23	0,26
16	Geranil acetona	1453	1449	0,90	1,09	0,99	1,25	1,38	1,33
17	α -Cariofileno	1454	1453	0,98	1,08	1,83	1,10	1,05	0,91
18	Germacreno-D	1480	1481	2,28	2,95	6,79	4,99	3,27	3,82
19	β -Selineno	1485	1485	0,00	0,37	0,00	0,00	0,00	0,00
20	β -cis-Guaieno	1490	1491	4,83	3,86	2,89	7,40	9,06	8,90
21	Biciclogermacreno	1494	1495	0,67	0,47	2,96	2,20	0,71	0,00
22	α -Bulneseno	1509	1497	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,75
23	α -Bisaboleno	1506	1505	0,83	0,85	0,78	1,35	1,23	1,36
24	β -trans-Guaieno	1502	1508	0,27	0,30	0,20	0,45	0,53	0,55
25	γ -Cadineno	1513	1514	0,91	1,00	0,86	1,26	1,39	1,76
26	α -Alaskeno	1512	1517	0,20	0,37	0,95	0,50	0,36	0,32
27	cis-Calamaneno	1521	1522	1,24	1,29	1,67	1,56	1,66	1,44
28	Cubeneno	-	1532	0,29	0,00	0,44	0,52	0,39	0,28
29	α -Cadineno	1537	1537	0,23	0,00	0,78	0,46	0,34	0,33
30	Germacreno-B	1556	1556	0,92	0,97	1,33	1,25	1,24	1,50
31	Espatuleno	1576	1577	0,77	1,08	1,21	1,00	0,58	0,41
32	Oxido de Cariofileno	1581	1583	2,75	5,00	4,05	3,80	2,19	2,21
33	Cubenol	1614	1614	1,50	1,41	0,86	1,02	1,14	1,56
34	10- γ -epi-eudesmol	1622	1620	0,42	0,48	0,38	0,28	0,34	0,35
35	α -Acorenol	1632	1628	0,37	0,56	0,49	0,17	0,30	0,28
36	Hinesol	1640	1631	0,00	0,00	0,28	0,20	0,00	0,00
37	α -epi-Cadinol	-	1639	0,57	0,98	1,00	0,56	0,00	0,23
38	Calamusenona*	-	1684	48,49	41,42	33,71	31,40	40,41	41,95
	Monoterpenos			4,72	6,91	3,44	7,87	5,27	5,28
	Sesquiterpenos			78,65	84,83	83,23	79,10	79,75	80,97
	Total identificado			83,37	91,74	86,67	86,97	85,02	86,25
	Teor OE (mL.100 g ⁻¹)			0,49	0,39	0,45	0,51	0,57	0,57

^a Compostos listados em ordem de eluição da coluna DB-5; ^b Índice de Retenção literatura; ^c Índice de Retenção

* Identificado através de RMN ¹H e ¹³C. [9].

A influência dos horários de colheita e secagem das folhas sobre o teor e rendimento do óleo essencial de sambacaitá pode ser observada na Tabela 2. Nota-se que não houve diferenças significativas em todos os tratamentos empregados, isto é, secagem e horários de colheita. Estes resultados contradizem os obtidos com capim citronela (*Cymbopogon winterianus*), onde o período da manhã é o mais favorável para colheita [18], enquanto que para *Lippia alba* quimiotipo citral-limoneno o melhor período de colheita é entre 15 e 17 horas [19], embora [20] relatam que o período da manhã seja o mais indicado para se obter teores de óleo essencial mais elevados para as espécies de um modo geral. Este fato vem, cada vez mais, reforçar a necessidade de estudos que envolvam técnicas agrônomicas para cada espécie, uma vez que o comportamento é muito variado de espécie para espécie.

Tabela 2. Teores médios de óleo essencial de *H. pectinata* em função do beneficiamento e horários de colheita*.

Beneficiamento	Teor de óleo essencial (mL.100 g ⁻¹)	Rendimento (L.ha ⁻¹)
Folhas frescas	0,444 a	3,153 a
Folhas secas	0,550 a	3,902 a
<hr/>		
Horário de colheita (h)		
08:00	0,504 a	3,571 a
12:00	0,477 a	3,386 a
16:00	0,511 a	3,626 a
CV (%)	33,415	33,433

*Valores seguidos de letras iguais não diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0.05$).

4. CONCLUSÃO

A calamusenona foi um componente majoritário para todas as amostras (31,0-48,0%), seguido de β -cariofileno (7,0-15,0%).

1. HARLEY, R. M.; REYNOLDS, T. Advances in Labiatae Science. *The Royal Botanic Gardens*. Kew, UK. (1992).
2. FRAGOSO-SERRANO, M.; GIBBONS, S.; PEREDA-MIRANDA, R. Anti-staphylococcal and cytotoxic compounds from *Hyptis pectinata*. *Planta Medica*, 71:278-280 (2005).
3. BOALINO, D.M.; CONNOLLY, J.D.; McLEAN, S.; REYNOLDS, W.F.; TINTO, W.F. α -Pyrones and a 2(5H)-furanone from *Hyptis pectinata*. *Phytochemistry*, 64:1303-1307 (2003).
4. BISPO, M.D.; MOURÃO, R.H.V.; FRANZOTTI, E.M.; BOMFIM, K.B.R.; ARRIGONI-BLANK, M. de F.; MORENO, M.P.N.; MARCHIORO, M.; ANTONIOLLI, A.R. Antinociceptive and antiedematogenic effects of the aqueous extract of *Hyptis pectinata* leaves in experimental animals. *Journal of Ethnopharmacology*, 76:81-86 (2001).
5. ARRIOGONI-BLANK, M. de F.; ANTONIOLLI, A.R.; CAETANO, L.C.; CAMPOS, D.A.; BLANK, A.F.; ALVES, P.B. Antinociceptive activity of the volatile oils of *Hyptis pectinata* L. Poit. (Lamiaceae) genotypes. *Phytomedicine*, 15: 334-339 (2008).
6. ASEKUN, O.T., EKUNDAYO, O., ADENIVI, B.A. Antimicrobial activity of the essential oil of *Hyptis suaveolens* leaves. *Fitoterapia*, 70:440-442 (1999).
7. MALAN, K.; PELISSIER, Y.; MARION, C.; BLAISE, A.; BESSIERE, J.M. The essential oil of *Hyptis pectinata*. *Planta Medica* 54:531-532 (1988).
8. ARAUJO, E.C.C. *Contribuição ao conhecimento químico de espécies do gênero Hyptis do nordeste: H. martiusii Benth, H. platanigolia Mart ex. Benth, H. suaveolens (L.) Poit. e H. pectinata (L.) Poit.* Tese de Doutorado pelo Programa de Pós-Graduação em Química Orgânica da Universidade Federal do Ceará, 256p (2004).

9. SANTOS, P.O.; COSTA, M. de J.C.; ALVES, J.A.B.; NASCIMENTO, P.F.C.; DEMELO, D.L.M.; BARBOSA JR, A.; TRINDADE, R.de C. Chemical composition and antimicrobial activity of the essential oil of *Hyptis pectinata* (L.) Poit. *Química Nova*, 37:1648-1652 (2008).
10. VENSUKUTONIS, P.R.; DAGILYTE, A. Composition of essential oil of sweet flag (*Acorus calamus* L.) leaves at different growing phases. *Journal Essential Oil Research*, 15:313-318 (2003).
11. ANDRADE, F.M.C.; CASALI, V.W.D. *Plantas medicinais e aromáticas: relação com o ambiente, colheita e metabolismo secundário*. Viçosa: UFV/DFT, 139p (1999).
12. LARCHER, W. *Ecofisiologia vegetal*. São Carlos: Rima, 531p (2000).
13. GUENTHER, E. *The essential oils*. Malabar: Krieger Publication, 427p (1972).
14. ASTA. *Official analytical methods of the American Spice Trade Association*. Englewood Cliffs: ASTA, p.8-11 (1968).
15. VAN DEN DOOL, H.; KRATZ, P.D.J. *Journal Chromatography*, 11, 463p (1963).
16. ARRIGONI-BLANK, M. de F. *Estudos agrônomo e químico de Hyptis pectinata L. Point e avaliações das atividades antiedematogênica, antinociceptiva e isoenzimática*. Tese de Doutorado pelo Programa de Pós-Graduação em Química e Biotecnologia da Universidade Federal de Alagoas, 145p (2005).
17. LUZ, J.M.Q. EHLERT, P.A.D.; INNECCO, R. Horário de colheita e tempo de secagem de alfavaca-cravo. *Horticultura Brasileira*, 27:539-542 (2009).
18. VAN DEN DOOL, H., KRATZ, P.D. A Generalization of Retention Index System Including Linear Temperature Programmed Gas-Liquid Partition Chromatography. *Journal of Chromatography*. 11: 463-471 (1963).
19. ADAMS, R.P. *Identification of essential oil components by gas chromatography/mass spectroscopy*. Carol Stream, Illinois: Allured Publishing Corporation, 804p (2007).
20. SOUZA, M.L.D.; ALCANFOR, D.C.; INNECCO, R.; MATOS, S.H.; NAGAO, E.O. Horário de corte no rendimento de óleo essencial de capim citronela (*Cymbopogon winterianus*). In: 42º CONGRESSO BRASILEIRO DE OLERICULTURA,. *Horticultura Brasileira*, suplemento CD-ROM (2002).
21. NAGAO, E.O.; INNECCO, R.; MATTOS, S.H.; MEDEIROS FILHO, S.; MARCO, C.A. Efeito do horário de colheita sobre o teor e constituintes majoritários de óleo essencial de *Lippia alba* (Mill) N.E.Br., quimiotipo citral-limoneno. *Revista Ciência Agronômica*, 35:355-360 (2004).
22. CORRÊA JÚNIOR, C.; MING, L.C.; SCHEFFER, M.C. *Cultivo de plantas medicinais, condimentares e aromáticas*. 2.ed. Jaboticabal: UNESP/FUNEP, 151p (1994).